

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-100649

(43)Date of publication of application : 11.05.1987

(51)Int.Cl.

G01N 21/72  
G01N 30/74

(21)Application number : 60-242163

(71)Applicant : TSUDA TAKAO  
SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 28.10.1985

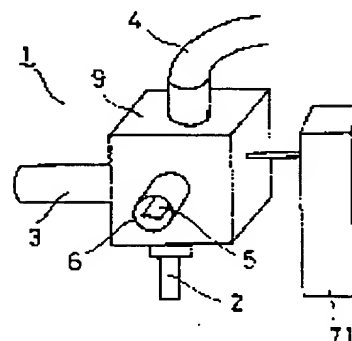
(72)Inventor : TSUDA TAKAO  
YAMAMOTO KOZO  
ISHIDA YASUO

### (54) FLAME ANALYSIS METHOD AND APPARATUS

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To enable quantification of phosphor and sulfur compounds in an elution liquid from a liquid chromatography and element analysis on phosphorus and sulfur handily, by a method wherein a liquid sample is held sequentially along the length of a strip porous paper material and supplied into a flame of a flame photometer along the length thereof.

CONSTITUTION: An analyzer 1 is provided with a burner 2, a photoelectric multiplier 3 and a combustion chamber 9 having an exhaust port 4 and a roller carrier means to feed a strip filter paper 5 is attached to a flame set in the combustion chamber 9 with a burner along the length thereof. This carrier means is composed of a guide 6, a roller and a roller-driving motor 71. A strip porous paper material holding a liquid sample is introduced continuously into the flame, where the porous paper material is burnt away, components to be inspected in the liquid sample is vaporized and burnt, emitting light. The intensity of the emission spectrum is detected with a light receiver.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-100649

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)5月11日

G 01 N 21/72  
30/747458-2G  
7621-2G

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 炎光分析法及び装置

⑯ 特 願 昭60-242163

⑰ 出 願 昭60(1985)10月28日

⑱ 発 明 者 津 田 孝 雄 愛知県愛知郡日進町大字岩崎字門木1丁目26番地  
⑱ 発 明 者 山 本 幸 三 春日井市如意申町904-8  
⑱ 発 明 者 石 田 泰 夫 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三  
条工場内  
⑲ 出 願 人 津 田 孝 雄 愛知県愛知郡日進町大字岩崎字門木1丁目26番地  
⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都市中京区河原町通二条下ル一ノ船入町378番地  
⑳ 代 理 人 弁理士 野河 信太郎

## 明 和 語

## 1. 発明の名称

炎光分析法及び装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 帯状の多孔質紙材の長手方向に液体試料を順次保持させ、この多孔質紙材を乾燥するか又は乾燥せずして炎光光度計のフレーム内にその長手方向に連続的に供給することにより多孔質紙材の乾燥及び液体試料中の被検成分の炎光分析を連続的に行なうことを特徴とする炎光分析法。

2. 液体試料が、液体クロマトグラフィの溶離液である特許請求の範囲第1項記載の分析法。

3. 被検成分が、リン化合物又はイオウ化合物である特許請求の範囲第1項記載の分析法。

4. 排ガス口を有する燃焼室と、この燃焼室内に被検成分の気化・燃焼用のフレームを設定しうるバーナと、該フレームからの発光強度検出用の受光器とを備え、該フレームの設定領域に帯状の多孔質紙材を上記燃焼室外から長手方向に連続して供しうるローラ搬送手段を付設したことを特

徴とする炎光分析装置。

## 3. 発明の詳細な説明

(イ) 産業上の利用分野

この発明は、炎光分析法及び装置に関する。さらに詳しくは、液体クロマトグラフィの溶離液中の被検成分の検出に有用な炎光分析法及び装置に関する。

(ロ) 従来の技術

液体クロマトグラフィによる溶離液中の被検成分の検出には導電率を用いた方法、UV吸収を用いた方法、屈折率を用いた方法、蛍光光度を用いた方法などが知られている。

(ハ) 発明が解決しようとする問題点

しかしながら、リン化合物又はイオウ化合物を被検対象とする場合にはそれ自体のUV吸収に基づく検出や屈折率検出などが用いられているが、検出感度が不十分であると共に、前者の検出ではUV吸収をもたない被検対象についての測定が不可能であるという問題があった。そのため、リン化合物のリン原子やイオウ化合物のイオウ原子に

基づいて検出する方法も考えられ、例えば液体クロマトグラフィの溶離液をICP (Induced coupled plasma) 発光分析器に導びいて分析することも考えられるが、分析コストが高く、感度も依然不十分であるという問題点があった。

従って、溶離液中のリン化合物やイオウ化合物をそのリン原子やイオウ原子に基づいて簡便に効率良く分析する方法が望まれていた。

この発明は、かかる状況に鑑みなされたものであり、ことに、液体クロマトグラフィからの溶離液中のリンやイオウ化合物の定量やリンやイオウの元素分析を簡便に行ないうる発光分析法を提供しようとするものである。

## (一) 問題点を解決するための手段

かくしてこの発明によれば、帯状の多孔質紙材の長手方向に液体試料を順次保持させ、この多孔質紙材を乾燥するか又は乾燥せずして発光光度計のフレーム内にその長手方向に連続的に供給することにより多孔質紙材の燃焼及び液体試料中の被検成分の発光分析を連続的に行なうことを特徴と

する発光分析法が提供される。

この発明の最も特徴とする点は、液体試料を一種の帯状の保持体に付着させて該保持体と共にフレーム（炎）に導入して発光分析を連続的に行なう点にある。なお、液体試料は乾燥後にフレームに導入されてもよい。

上記帯状の多孔質紙材としては、通常の濾紙を用いるのが適しているが、液体試料の含浸保持性が良好でかつフレーム内で容易に燃焼される紙材であれば使用可能である。

この発明で用いる発光光度計としては、燃焼室内にバーナ、受光器及び排出ガス手段を備えた通常のもので適用することができ、これらはシングルフレーム型であってもよくダブルフレーム型のものであってもよい。またバーナは燃焼室の下方から挿設されたものでもよく、上方から挿設されたものでもよい。フレーム用のガスとしては水素又はアルゴンを含む水素等を用いるのが適しており、受光器としては、例えば光電子増倍管を用いるのが適している。

フレーム内で発光する原子が複数種存在しうる場合には、各発光スペクトルの特性波長を選択的に透過しうるフィルタを受光面に備えた複数の受光器を設定しておくことが好ましい。

なお、分析時に上記帯状の多孔質紙材を、モータと1又は複数のローラによって燃焼室外からフレームに連続的に供給しうる搬送手段を付設することにより分析操作をより簡便化することができる。従って、この発明は排ガス口を有する燃焼室と、この燃焼室内に被検成分の気化・燃焼用のフレームを設定しうるバーナと、該フレームからの発光強度検出用の受光器とを備え、該フレームの設定領域に帯状の多孔質紙材を上記燃焼室外から長手方向に連続して供給しうるローラ搬送手段を付設したことを特徴とする発光分析装置をも提供するのである。この際、帯状の多孔質紙材のフレーム設定領域内への供給速度は20～500mm/分程度とするのが適切である。

上記帯状の多孔質紙材へ液体クロマトグラフィの溶離液をその溶出速度に対応して連続的に搬送

方向に滴下等により含浸保持させることにより、液体クロマトグラフィの検出器として用いることができる。なお、フレームへの導入前に液体試料は乾燥されていてもよい。この際、液体クロマトグラフィとのリンクは溶離液の溶出量を制御することにより容易に行なえ、通常微小口径（0.5mm以下）のカラムを用いた液体クロマトグラフを用いればよく、帯状の多孔質紙材の大きさ、搬送速度等を調整することにより例えば口径1.0mm程度のミクロボアカラム等を用いた液体クロマトグラフと直結可能である。

## (ホ) 作 用

この発明において、液体試料が保持された帯状の多孔質紙材は、フレームに連続導入され、そこで多孔質紙材の燃焼除去及び液体試料中の被検成分の気化・燃焼・発光が行なわれ、この発光スペクトルの強度が受光器で検出される。ことに、リン化合物を含む液体試料においては、フレーム中でHPOの分子発光に基づいてリン元素の連続測定が容易に可能となる。そして、液体クロマトグ



ラフィの溶融液をリアルタイムに帯状多孔質紙材に連続的に保持してフレームに導入することにより液体クロマトグラフィの検出器として好適に使用できる。

なお、この発明の蛍光分析装置は、液体クロマトグラフィの溶融液の連続検出のみならず単品の液体試料の分析に用いることができる。

#### (ハ)実施例

蛍光光度計 G C - 7 A ダブルフレーム F P D (聯島洋製作所製) を改造して第 1 図及び第 2 図に示すときこの発明の方法を実施する蛍光分析装置 (1) を設定した。図に示すように蛍光分析装置 (1) は、バーナ (2)、光電子倍增管 (3) 及び排気口 (4) を有する燃焼室 (5) を備え、バーナ (2) により燃焼室 (5) 内に設定されるフレーム (6) に、帯状の濾紙 (5: 幅 2 ~ 3mm、長さ 40mm) を長手方向に供給するローラ駆送手段を付設してなり、該駆送手段は、ガイド (6)、ローラ (7) 及びローラ駆動用モータ (71) とから構成されてなる。

上記分析装置 (1) を使用し、帯状の濾紙の長手方



特開昭 62-100649 (3)

向の 2 ヶ所に 1% リン酸 3μ をそれぞれ付着させて保持させ、室温でしばらく放置後、濾紙駆送 (供給) 速度 45mm/分 でフレームに連続導入した。なおバーナはシングルフレームとした。この結果を第 3 図に示す。

このように、濾紙に保持されたリン酸に基づく 2 つの強い発光ピーク (ピーク A 及び B) が認められる。また、バーナをダブルフレームとすることにより S/N 比の向上も可能である。

#### (ト) 発明の効果

この発明によれば、液体クロマトグラフィの溶融液中の被検成分ごとに種々のリン化合物やイオウ化合物を連続的に検出することができる。そして、蛍光光度に基づいているためリン化合物やイオウ化合物中の各原子に対応する出力が得られ、感度、再現性等も良好である。さらに、液体クロマトグラフィの検出器として分析コスト上十分に許容できるものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第 1 図は、この発明の方法を実施する装置の一

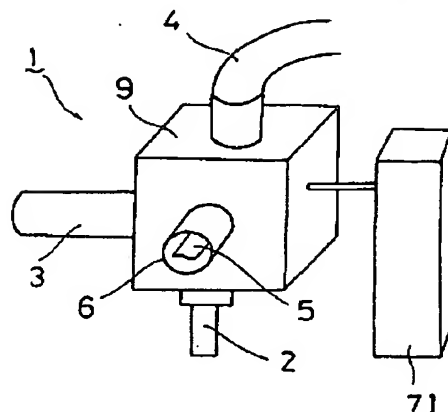
実施例を示す概略図、第 2 図は同じく要部構成説明図、第 3 図はこの発明の方法による分析結果を例示するグラフである。

- (1) …… 蛍光分析装置、(2) …… バーナ、  
(3) …… 光電子倍增管、(4) …… 排気口、  
(5) …… 帯状の濾紙、(6) …… ガイド、(7) …… ローラ、  
(8) …… フレーム、(71) …… ローラ駆動用モータ。

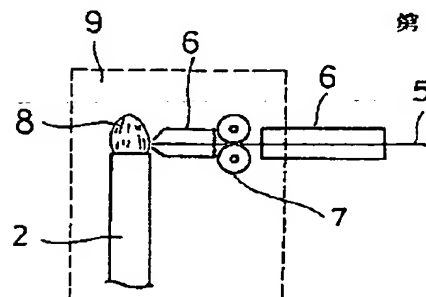
代理人 弁理士 野 河 恒太郎



第 1 図



第 2 図



第 3 圖

